



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10270776 A**(43) Date of publication of application: **09.10.98**

(51) Int. Cl.

**H01L 43/12**  
**C23C 14/34**  
**G11B 5/39**  
**H01F 41/18**

(21) Application number: **09071790**(22) Date of filing: **25.03.97**(71) Applicant: **SANYO ELECTRIC CO LTD**

(72) Inventor:  
**UMEMOTO TAKUJI**  
**MAEDA ATSUSHI**  
**TANUMA TOSHIO**  
**KUME MINORU**

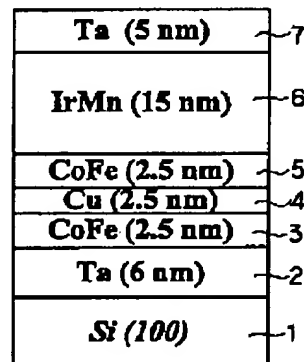
**(54) METHOD FOR MANUFACTURING**  
**MAGNETORESISTANCE EFFECT FILM**

(57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To improve a magnetic field sensitivity by forming at least one magnetic layer of a multilayer film in an atmosphere containing a hydrogen gas by the sputtering method.

**SOLUTION:** A first ferromagnetic layer 3, a non-magnetic layer 4, and a second ferromagnetic layer 5 are sequentially formed. The coercive force of the first ferromagnetic layer 3 is smaller than the ferromagnetic layer 5. In this kind of coercive force difference type multilayer film, a first ferromagnetic layer 3 with a small coercive force becomes a free layer and its magnetization direction changes due to the influence of an external magnetic field. Therefore, in this kind of coercive force difference type multilayer film, at least the first ferromagnetic layer 3 of the multilayer film is formed by the sputtering method in an atmosphere containing a hydrogen gas, thus reducing the coercive force of the first ferromagnetic layer 3 and improving a magnetic field sensitivity.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-270776

(43) 公開日 平成10年(1998)10月9日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

H 0 1 L 43/12

H 0 1 L 43/12

C 2 3 C 14/34

C 2 3 C 14/34

P

G 1 1 B 5/39

G 1 1 B 5/39

H 0 1 F 41/18

H 0 1 F 41/18

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-71790

(22) 出願日 平成9年(1997)3月25日

(71) 出願人 000001889

三洋電機株式会社

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号

(72) 発明者 梅本 卓史

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三  
洋電機株式会社内

(72) 発明者 前田 篤志

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三  
洋電機株式会社内

(72) 発明者 田沼 俊雄

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三  
洋電機株式会社内

(74) 代理人 弁理士 目次 誠 (外1名)

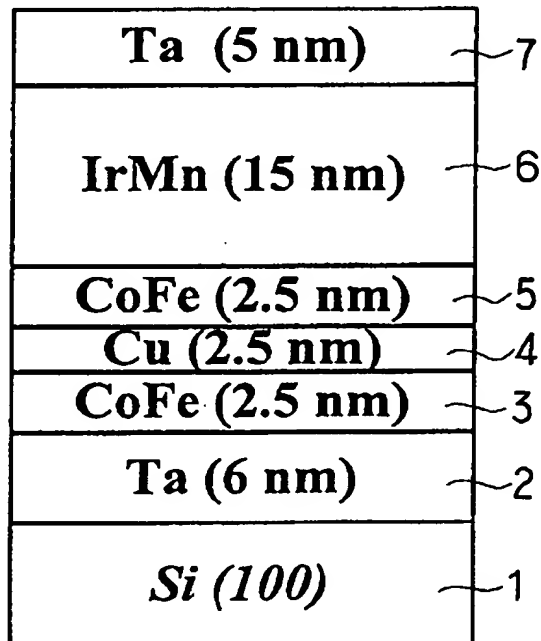
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気抵抗効果膜の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 強磁性層または反強磁性層等の磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜を製造する方法において、高い磁界感度を有する磁気抵抗効果膜を製造する方法を得る。

【解決手段】 積層膜のうちの少なくとも1つの強磁性層3を、水素ガスを含む、例えばXe雰囲気中で、イオンビームスパッタリングなどのスパッタリング法により形成することを特徴としている。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜を製造する方法において、

前記積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴とする磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項2】 前記積層膜における磁性層以外の層も、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴とする請求項1に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項3】 前記積層膜が、第1の強磁性層、非磁性導電層、第2の強磁性層、及び反強磁性層を積層した構造を有し、第2の強磁性層が反強磁性層との磁氣的結合によってピン留めされたスピンプルプ型の積層膜であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項4】 前記スピンプルプ型の積層膜において、少なくとも前記第1の強磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴とする請求項3に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項5】 前記スピンプルプ型の積層膜において、前記第2の強磁性層及び前記反強磁性層のうちの少なくとも一方を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴とする請求項3または4に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項6】 前記積層膜が、第1の強磁性層、非磁性導電層、及び第2の強磁性層を積層した構造を有し、第1の強磁性層の保磁力が第2の強磁性層の保磁力よりも小さい保磁力差型の積層膜であることを特徴とする請求項1または2に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項7】 前記保磁力差型の積層膜において、少なくとも前記第1の強磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴とする請求項6に記載の磁気抵抗効果膜の製造方法。

【請求項8】 請求項1～7の何れか1項に記載の製造方法に従い、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成された磁性層中の結晶粒径が7nm以下であることを特徴とする磁気抵抗効果膜。

【請求項9】 請求項1～7の何れか1項に記載の製造方法に従い、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成された磁性層が非晶質構造を有することを特徴とする磁気抵抗効果膜。

【請求項10】 磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜であって、前記積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層が、7nm以下の結晶粒径の磁性層である磁気抵抗効果膜。

【請求項11】 磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜であって、前記積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層が、非晶質構造を有する磁性層である磁気抵抗効果膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁性層を含む積層膜から構成される、いわゆる巨大磁気抵抗効果を示す磁気抵抗効果膜の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】ハードディスク(HDD)に用いる磁気ヘッドとして、近年、磁気抵抗効果型(MR)ヘッドが注目されている。MRヘッドは、外部磁界の変化によって電気伝導率が変化する磁気抵抗効果膜を用いたヘッドであり、従来の誘導型磁気ヘッドに比べ高い磁界感度を有し、高密度記録化を図ることができる。このようなMRヘッドに用いる磁気抵抗効果膜としては、従来より、パーマロイ等の合金膜が用いられており、磁化方向の変化に対応した抵抗の増減(異方性磁気抵抗効果:AMR)により外部磁界の変化を検出している。

【0003】しかしながら、最近、この従来のAMRに比べより高い抵抗変化率を示す巨大磁気抵抗効果(GMR)型の磁気抵抗効果膜が見出され、注目されている。GMR型の磁気抵抗効果膜としては、Coなどの強磁性層とCuなどの非磁性導電層とを繰り返し積層し強磁性層間を反強磁性結合させた人工格子型、非磁性導電層を保磁力の異なる一対の強磁性層で挟んだ積層構造を有する保磁力差型、及び非磁性導電層を一対の強磁性層で挟み、一方の強磁性層の上に反強磁性層を設け反強磁性層との磁氣的結合によって一方の強磁性層をピン留めしたスピンプルプ型などの磁気抵抗効果膜が知られている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】このようなGMR積層膜を用いたMRヘッドの実用化に向けて、高密度記録化を達成するため、高い磁界検出感度を有するGMR型の磁気抵抗効果膜の研究開発が盛んになされている。しかしながら、従来は、磁気抵抗効果膜を構成する磁性膜の合金組成や積層膜の積層構造についての検討がほとんどであり、磁気抵抗効果膜の薄膜形成方法の観点からの検討はほとんどなされていない。

【0005】本発明の目的は、このようなGMR型磁気抵抗効果膜における磁性膜の形成方法に着目し、高い磁界感度を有する磁気抵抗効果膜の製造方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜を製造する方法であり、積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することを特徴としている。

【0007】本発明においては、水素ガスを含む雰囲気中で、積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層をスパッタリング法により形成する。水素ガスを含む雰囲気としては、例えば、水素ガスを含む不活性ガス雰囲気をを用い

ることができる。不活性ガスとしては、Xe、Kr、Ar、Ne、Heなどを用いることができる。水素ガスの含有量は、不活性ガスに対して、例えば0.1体積%～30体積%の範囲で適宜選択される。

【0008】スパッタリング法としては、種々のスパッタリング法を採用することができ、例えば、イオンビームスパッタリング法、RFスパッタリング法、DCマグネトロンスパッタリング法などのスパッタリング法を用いることができる。

【0009】スピンプルプ型の磁気抵抗効果膜は、一般に、第1の強磁性層、非磁性導電層、第2の強磁性層、及び反強磁性層をこの順序で、あるいは逆の順序で積層した構造を有しており、第2の強磁性層が反強磁性層との磁氣的結合によってピン留めされた積層膜である。本発明においては、このような積層膜のうちの、少なくとも1つの強磁性層または反強磁性層を水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成する。また、この場合において、磁性層以外の非磁性導電層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成してもよい。

【0010】第1の強磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することにより、第1の強磁性層の保磁力(Hc)を小さくし、磁気抵抗効果膜の磁界感度を向上させることができる。また、第2の強磁性層及び反強磁性層の少なくとも何れか一方を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することにより、第2の強磁性層と反強磁性層の間の交換結合磁界(H<sub>ua</sub>)を大きくすることができる。従って、磁界検出における安定性の高い磁気抵抗効果膜とすることができる。

【0011】第1の強磁性層及び第2の強磁性層としては、例えば、NiFe層、Co層、CoNiFe層、CoFe層等の強磁性層が挙げられる。強磁性層の一般的な膜厚は、1～10nm程度である。

【0012】非磁性導電層としては、非磁性体であり、かつ導電性に優れたものであれば特に限定されるものではなく、例えば、Cu層、Ag層などが挙げられる。非磁性導電層の一般的な膜厚は、1～5nm程度である。

【0013】反強磁性層としては、例えば、FeMn層、IrMn層、及びNiMn層などや、NiO層、CoO層、及びFeO<sub>3</sub>などの酸化物系反強磁性層などが挙げられる。反強磁性層の一般的な膜厚は、5～25nm程度である。

【0014】保磁力差型の磁気抵抗効果膜は、一般に、第1の強磁性層、非磁性導電層、及び第2の強磁性層をこの順序で、または逆の順序で積層した構造を有し、第1の強磁性層の保磁力が第2の強磁性層よりも小さい積層膜である。このような保磁力差型の積層膜においては、保磁力の小さい第1の強磁性層がフリー層となり、外部磁界の影響でその磁化方向が変化する。従って、こ

のような保磁力差型積層膜においては、積層膜のうちの少なくとも第1の強磁性層を水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することが好ましい。これにより、第1の強磁性層の保磁力(Hc)を小さくすることができ、磁界感度を向上させることができる。また、必要に応じ、第1の強磁性層以外の、非磁性導電層及び第2の強磁性層を、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成してもよい。

【0015】第1の強磁性層及び第2の強磁性層としては、上記スピンプルプ型と同様の強磁性層を用いることができ、第1の強磁性層は、第2の強磁性層よりも保磁力の小さな強磁性層が選ばれる。また、非磁性導電層としては、上記スピンプルプ型の非磁性導電層と同様の非磁性導電層を用いることができる。

【0016】また、本発明に従う製造方法は、人工格子型の積層膜に対しても適用することができるものである。本発明の製造方法に従い、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することにより、結晶粒径が7nm以下である強磁性層及び反強磁性層等の磁性層を形成することができる。また、より好ましくは、結晶粒径が5nm以下である磁性層を形成することができる。これにより、保磁力の小さな強磁性層を形成することができ、また反強磁性層と強磁性層の交換結合磁界を大きくすることができる。

【0017】本発明の製造方法に従い、水素ガスを含む雰囲気中でスパッタリング法により形成することにより、非晶質構造を有する強磁性層及び反強磁性層等の磁性層を形成することができる。これにより、例えば、保磁力の小さな強磁性層を形成することができる。また、反強磁性層と強磁性層の交換結合磁界を大きくすることができる。

【0018】本発明の第1の局面に従う磁気抵抗効果膜は、磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜であり、積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層が7nm以下、好ましくは5nm以下の結晶粒径を有する磁性層である。

【0019】本発明の第2の局面に従う磁気抵抗効果膜は、磁性層を含む積層膜から構成される磁気抵抗効果膜であり、積層膜のうちの少なくとも1つの磁性層が、非晶質構造を有する磁性層であることを特徴としている。磁性層が強磁性層である場合には、保磁力の小さな強磁性層とすることができ、磁界感度を向上させることができる。

【0020】本発明の製造方法に従えば、高い磁界感度を有する磁気抵抗効果膜を製造することができる。

【0021】

【発明の実施の形態】以下、本発明をより具体的な実施例により説明する。図1に示すような積層膜構造を有する磁気抵抗効果膜を作製した。Si基板1の(100)面のの上に、下地層2としてのTa層(膜厚6nm)、第

1の強磁性層3としてのCoFe層(膜厚2.5nm)、非磁性導電層4としてのCu層(膜厚2.5nm)、第2の強磁性層5としてのCoFe層(膜厚2.5nm)、反強磁性層6としてのIrMn層(膜厚15nm)、及び保護層7としてのTa層(膜厚5nm)を順次、イオンビームスパッタリング法により形成した。反応室内の圧力を $4 \times 10^{-4}$ Torrとし、雰囲気ガスとしてはXeを用い、水素ガス流量を2sccmとし、イオンビームの加速電圧を300~700Vとして各薄膜を形成した。なお基板は水冷し、基板温度を25℃程度に保った。また、第1の強磁性層3及び第2の強磁性層5を形成する際のターゲットとしては、Co<sub>90</sub>Fe<sub>10</sub>を用い、反強磁性層6を形成する際のターゲットとしてはIr<sub>20</sub>Mn<sub>80</sub>を用いた。

【0022】以上のようにして得られた実施例のスピナルブ型の磁気抵抗効果膜について、直流4端子法によりMR特性を評価した。図2は、この実施例のMR特性を示しており、磁界変化に対するMR比の変化を示している。図2のMR特性曲線から、フリー層の保磁力(H<sub>c</sub>)は7.9Oeであり、交換結合磁界(H<sub>ua</sub>)は181.8Oeであることがわかる。

【0023】比較として、水素ガス流量を0sccm、すなわち水素ガスの存在しないXeガスの雰囲気下で、図1に示す積層構造の磁気抵抗効果膜を作製した。水素ガス流量を0sccmとする以外は、上記実施例と同様の条件で各層を形成した。図3は、このようにして得られた比較例の磁気抵抗効果膜のMR特性曲線を示す図である。図3から、フリー層の保磁力(H<sub>c</sub>)は17.6Oeであり、交換結合磁界(H<sub>ua</sub>)は124.2Oeであることがわかる。

【0024】従って、本発明に従う実施例の磁気抵抗効果膜は、比較例の磁気抵抗効果膜に比べ、フリー層の保磁力が小さくなっており、交換結合磁界が大きくなっている。

【0025】図4は、以上のようにして得られた実施例の磁気抵抗効果膜及び比較例の磁気抵抗効果膜のX線回折パターンを示す図である。図4に示すように、本発明に従い水素ガスを含む雰囲気中で形成した実施例の磁気抵抗効果膜は、比較例の磁気抵抗効果膜に比べ、強磁性層、反強磁性層、及び非磁性導電層において、それぞれピーク強度が著しく小さくなっている。これは、水素ガスを含む雰囲気中で各層を形成したことに起因するものと考えられる。

【0026】次に、図1に示す構造の磁気抵抗効果膜の各層を形成する際の水素ガス流量を変化させて磁気抵抗効果膜を作製し、水素ガス流量の影響について検討した。水素ガス流量は、0sccm、0.25sccm、1sccm、2sccm、3sccm、4sccm、及び5sccmに変化させた。その他の薄膜形成条件は、上記実施例の磁気抵抗効果膜と同様にした。

【0027】図5は、以上のようにして水素ガス流量を変化させて得られた磁気抵抗効果膜のMR比、フリー層の保磁力(H<sub>c</sub>)、交換結合磁界(H<sub>ua</sub>)を示す図である。図5においては、水素ガス流量が0sccmの磁気抵抗効果膜の値を基準とし、規格化した値でそれぞれの測定値を示している。図5から明らかなように、水素ガス流量が0.25sccmと少量の流量であっても、保磁力が著しく低減し、交換結合磁界が大きくなっている。図5に示す結果からは、水素ガス流量が2sccmで保磁力は1/10以下にまで低下していることがわかる。また交換結合磁界は、水素ガス流量が4sccmで最大40%増大していることがわかる。このような結果からは、磁気抵抗効果膜の各層を形成する際に、それぞれにおける特性が最大となるように、水素ガス流量を各層の形成において異ならせてもよいことがわかる。例えば、フリー層である第1の強磁性層3を形成する際には、水素ガス流量を2sccmとし、第2の強磁性層5及び反強磁性層6を形成する際には、水素ガス流量を4sccmとしてもよい。

【0028】次に、図1に示す構造の磁気抵抗効果膜を形成する際、各層の形成において水素ガスを流さず水素ガスが存在しない雰囲気中で形成した積層膜(A)、第1の強磁性層3の形成のときにのみ水素ガス流量を2sccmとし、その他の層の形成の際には水素ガスを存在させずに形成した積層膜(B)、及び最下層の下地層2から最上層の保護膜7までの各層の形成において、水素ガス流量を2sccmとして作製した積層膜(C)について、MR比、交換結合磁界、及びフリー層の保磁力を測定し、図6にその結果を示した。

【0029】図6においては、比較の積層膜Aの各特性値を基準として、規格化した値で示している。図6において、横軸のAの位置には積層膜Aの値を示しており、横軸のBの位置には積層膜Bの値を示し、横軸のCの位置には積層膜Cの値をそれぞれ示している。図6に示す結果から明らかなように、積層膜Bのようにフリー層の強磁性層を形成するときのみ水素ガスを存在させておいても、保磁力が低減し、交換結合磁界が増加する。従って、少なくともフリー層の強磁性層を形成させる際に、本発明を適用し、水素ガスの雰囲気中で強磁性層を形成することにより、磁界感度をある程度向上させることがわかる。

【0030】上記実施例では、スピナルブ型の積層膜を例示したが、保磁力差型の積層膜においても、少なくとも低い保磁力を有する強磁性層を水素ガスの存在下にスパッタリング法により形成することにより、磁界感度を向上させることができる。

【0031】本発明は、上記実施例の積層膜の構造に限定されるものではなく、その他の積層膜構造に対しても同様に適用し、磁界感度を向上させることができる。

【0032】

【発明の効果】本発明によれば、高い磁界感度を有する磁気抵抗効果膜を製造することができ、例えば、MRヘッドにおいて磁界感度を向上させ、HDDディスクなどにおける磁気記録において高密度記録化を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に従い製造される磁気抵抗効果膜の一実施例を示す概略断面図。

【図2】本発明に従い製造される一実施例の磁気抵抗効果膜のMR特性曲線を示す図。

【図3】比較の磁気抵抗効果膜のMR特性曲線を示す図。

【図4】本発明に従う一実施例の磁気抵抗効果膜のX線回折パターンを示す図。

【図5】本発明に従う実施例において水素ガス流量を変

\* 化させたときの各磁気抵抗効果膜のMR比、交換結合磁界、及びフリー層の保磁力を示す図。

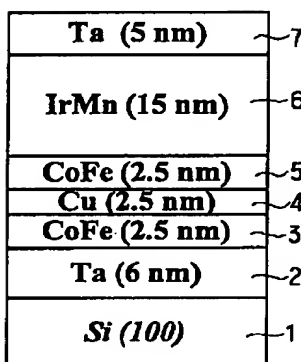
【図6】本発明に従う実施例において、第1の強磁性層形成の際にのみ水素ガスを存在させて作製した積層膜

(B)と、各層を形成させる際に水素ガスを存在させて作製した積層膜(C)のMR比、交換結合磁界、及びフリー層の保磁力を示す図。

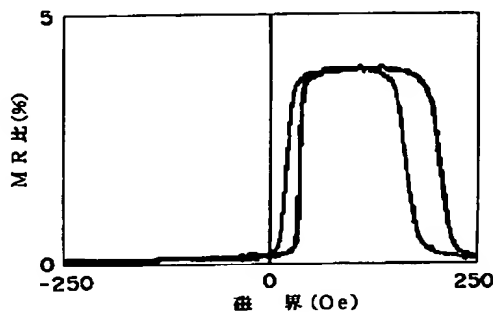
【符号の説明】

- 1…基板
- 2…下地層
- 3…第1の強磁性層
- 4…非磁性導電層
- 5…第2の強磁性層
- 6…反強磁性層
- 7…保護層

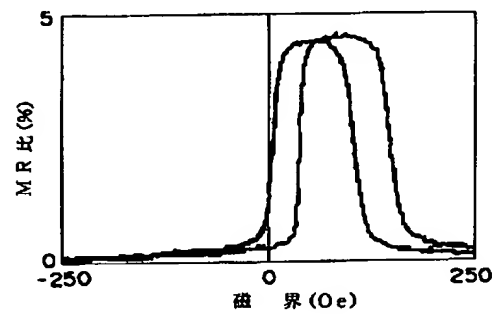
【図1】



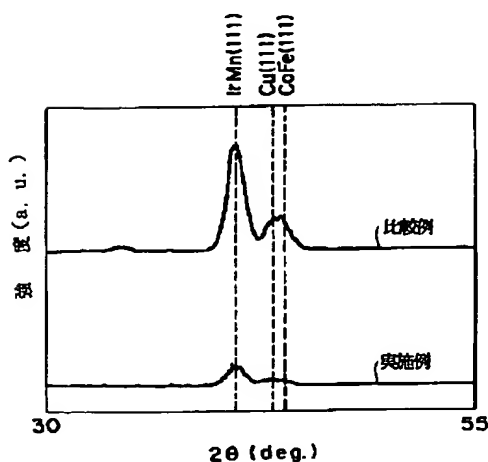
【図2】



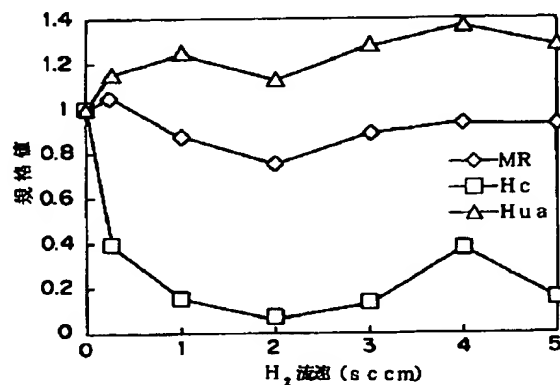
【図3】



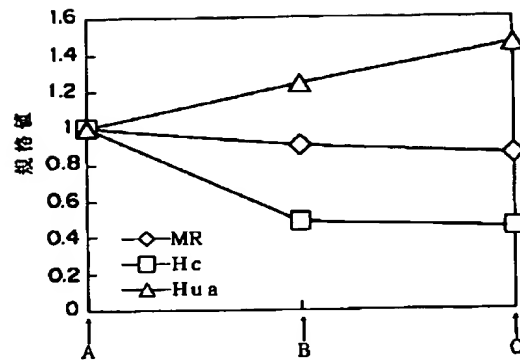
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 久米 実  
大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三  
洋電機株式会社内